

关键字

自动进样器
Eclipse
吹扫捕集
样品浓缩仪
4551A 型自动进样器
4552 型自动进样器
USEPA 方法 524.2
挥发性有机物



加快分析的周期时间： 完整的过程

摘要

使用 Eclipse 吹扫捕集样品浓缩仪，采用 USEPA 方法指南分析完整的 86 到 100 种以上的挥发性有机物 (VOC)，可以在不降低性能而且不跳过或旁路水管理步骤的前提下，减少到 16 分钟。而其它的样品浓缩器强制性地损坏捕集阱或色谱的性能，或者忽略水管理步骤以得到短的周期时间。当加入气相色谱仪和自动进样器的周期时间到 Eclipse 的周期中时，现在采用单独一台样品浓缩仪，可以在 12 个小时内分析多达 43 个样品。

简介

在商业的自动仪器广泛出现之前，早期的吹扫捕集 (P&T) 方法在 1970 年到 1980 年之间发展开来。源于这些发展性工作的很多的参数，仍然被包括在当前的 VOC 方法中。虽然这些参数仍然能够得到杰出的结果，在很多情况下，它们可以被修改以用于在新的设备中的技术优势。

这些优势之一，OI 分析仪器公司的专利的直接电阻捕集加热，允许捕集装置能够比其它型号仪器上看到的老式加热器护套，更快、更准确以及更有效地加热，而且之后的冷却速度也更快。这个应用文档提供详细的数据证明直接电阻捕集加热可以获得更短的解析和烘培时间。这样，当这个技术与 OI 分析仪器公司的 4560 型和新的 Eclipse 吹扫捕集样品浓缩仪中其它的革新性的设计性能相结合，使加快 VOC 分析的周期时间成为可能。

缩短解析时间

很多当前的吹扫捕集仪器在解析和烘培阶段，采用直接捕集加热的技术。捕集阱被置于一个外壳或护套中，以 200°-400°C/分钟的速度加热到指定的温度。由于这个相对慢的加热速度，通常需要将一个捕集预热的步骤加入到吹扫捕集周期中。这种间接的捕集加热技术有很多的缺点。一个最根本的问题在于在解析预热过程中导致横向的分析物扩散，因此导致带展宽，不可逆地吸附到强极性的填充材料中，以及低的回收率。当使用护套时，准确地控制捕集阱本身的温度也是很困难的。而在整个捕集阱长度上温度的不一致，将产生局部的冷却点，导致不一致的结果。最终，这个额外的解吸预热步骤，增加了吹扫捕集的整体周期时间的长度，从而大大降低了样品通过率。

OI 分析仪器公司的新型的 Eclipse 和原有的 4560 型样品浓缩仪, 都采用专利的捕集加热技术, 比老式的护套加热提供了显著的改进。不锈钢的捕集装置与吹扫捕集的壳体是电气隔离的。直接施加电流到捕集阱, 导致直接电阻加热。捕集阱的温度由直接焊接在不锈钢捕集阱体上的热电偶测量和控制。因此是捕集阱本身而不是壳体被控制在指定的温度。直接电阻加热允许捕集阱能够以 $900^{\circ}-1, 100^{\circ}\text{C}/\text{分钟}$ 的速度进行加热。它比护套加热方式能够更快速、更准确以及更均衡地加热。这个快速的加热速率也消除了捕集阱预热步骤, 明显地缩短了整个吹扫捕集的周期时间。

实验

一个给定吸附剂的捕集解析效率是温度, 捕集吸附剂填充的几何结构和流过捕集组件的气体体积的函数。通常, 捕集在指定的载气流速下优化, 以离散的方式有效地传输分析物从捕集阱到气相色谱柱, 最小化带的展宽。要检测在解吸阶段直接电阻加热的效率, 分析物的百分回收率采用不同的解析时间进行测量。Eclipse 配置一个 #10 捕集阱。一份 10-ppb 的标准溶液包含 USEPA 方法 524.2 中列出需要分析的所有 86 种物质, 采用 4、3、2、1 和 0.5 分钟的解析时间进行分析。样品被完整地吹扫 11 分钟, 然后不需要预热的步骤、采用 40:1 的分流比 (解析流速约等于 $45\text{mL}/\text{min}$) 直接解析到气相色谱柱。每个分析物的百分回收率以相对于 4 分钟的解析数据报告。结果列于表 1。

结果和讨论

当采用 0.5 分钟的解析时间时, 列表中 86 种物质中的 82 个的回收率超过 90%。四氢呋喃和 2-硝基丙烷的回收率分别为 84.8% 和 89.5%, 只有 2-丁酮和氯乙腈的回收率低于 70%。四个最重的物质, 从六氯丁二烯到 1, 2, 3-三氯苯的回收率, 都大约为 100%。图 1 显示了在五个不同的解析时间下的四个最后被淋洗出来的物质的重叠的色谱图, 证明即使对于最重的物质, 在 0.5 分钟的解析步骤下, 仍然能够获得杰出的回收率。另一个关键的优势在于将整个吹扫捕集的周期时间减少了 3.5 分钟, 而这缩短的解析时间也最小化传输到分析柱的水量, 改进了质谱的色谱图和灵敏度, 减少了 GC/MS 的维护需要。

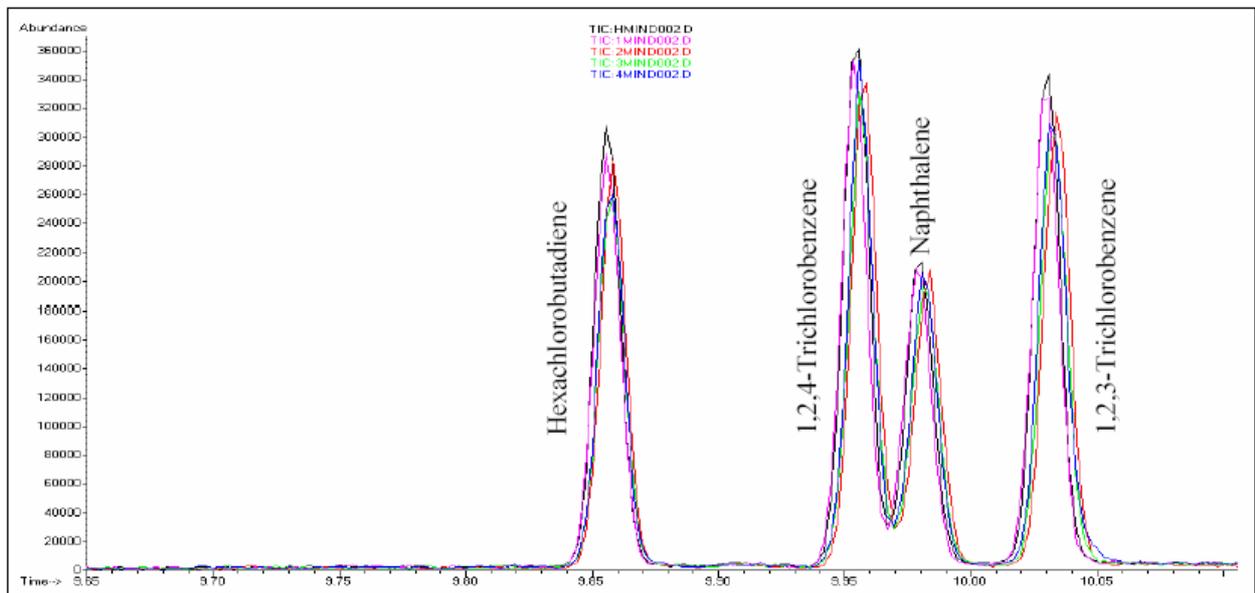


图 1 在 4、3、2、1 和 0.5 分钟条件下解析四个最重的 VOC 标准的重叠色谱图。色谱结果需要采用 Agilent® 的 DB-VRX 柱 ($20\text{m} \times 0.18\text{mm}$ 内径 * $1\mu\text{m}$ 膜的厚度), 整个 GC 周期时间大约为 16 分钟。

表1 在不同的解析时间下 USEPA 方法 524.2 的分析物回收率。相对于 4 分钟的解析时间得到的百分回收率。

序号	分析物名称	% 回收率			
		3 分钟 解析	2 分钟 解析	1 分钟 解析	0.5 分钟 解析
33	氟苯 (内标物)	100.8	101.4	108.3	116.9
1	二氯二氟甲烷	95.8	98.4	98.3	97.6
2	氯甲烷	100.7	101.8	102.5	103.1
3	氯乙烯	97.4	99.9	99.3	103.4
4	溴甲烷	98.6	98.2	96.0	103.2
5	氯乙烷	98.0	99.5	98.3	102.6
6	三氯氟甲烷	100.2	100.1	98.8	98.1
7	二乙醚	84.3	86.3	88.7	97.8
8	1,1-二氯乙烯	98.9	99.8	103.0	117.7
9	二硫化碳	101.0	101.3	120.6	122.6
10	甲基碘	96.3	97.5	97.9	114.3
11	烯丙基氯	101.8	99.9	106.2	115.1
12	二氯甲烷	103.7	104.0	104.5	128.6
13	丙酮	96.1	99.3	100.5	96.7
14	顺式-1,2-二氯乙烯	98.5	97.5	115.4	116.2
15	甲基-t-二丁醚	97.8	98.7	95.9	101.7
16	1,1-二氯乙烷	101.0	101.8	108.9	110.8
17	丙烯腈	100.7	102.9	98.8	106.5
18	反式-1,2-二氯乙烯	100.7	102.2	115.2	115.1
19	2,2-二氯丙烷	98.1	94.6	86.4	91.1
20	溴氯甲烷	98.9	105.4	119.4	127.8
21	三氯甲烷(氯仿)	98.7	102.8	99.9	102.9
22	甲基丙烯酸酯	98.5	104.5	102.8	114.2
23	四氯化碳	95.0	93.0	92.8	98.6
24	四氢呋喃	94.9	93.5	81.0	84.8
25	1,1,1-三氯乙烷	99.2	94.3	94.5	98.5
26	2-丁酮	94.5	94.3	73.9	64.5 *
27	1,1-二氯丙烯	99.6	90.0	93.4	100.7
28	1-氯代正丁烷	100.3	93.6	93.9	103.4
29	苯	112.0	108.6	111.4	116.3
30	丙腈	105.6	105.0	90.3	91.1
31	甲基丙烯腈	96.8	105.0	104.4	109.3
32	1,2-二氯乙烷	98.4	92.6	93.3	97.0
34	三氯乙烯	97.6	97.7	104.5	110.9
35	二溴甲烷	103.4	107.0	105.4	112.7
36	1,2-二氯丙烷	100.6	103.1	105.4	113.0
37	一溴二氯甲烷	94.6	96.5	96.2	101.1
38	甲基丙烯酸甲酯	81.6	82.2	90.4	95.1

序号	分析物名称	% 回收率			
		3 分钟 解析	2 分钟 解析	1 分钟 解析	0.5 分钟 解析
40	甲苯	95.4	102.4	111.8	119.2
41	氯乙腈	116.7	88.9	60.8	55.3 *
42	2-硝基丙烷	99.1	98.8	83.3	89.5
43	1,1-二氯丙酮	85.6	86.9	86.6	91.3
44	四氯乙烷	102.9	107.7	115.1	116.6
45	4-甲基-2-戊酮	90.8	91.1	97.5	101.0
46	顺式-1,3-二氯丙烯	98.2	102.9	110.5	118.6
47	1,1,2-三氯乙烷	101.9	103.7	104.1	111.4
48	甲基丙烯酸乙酯	99.1	106.6	114.2	125.0
49	二溴一氯甲烷	101.1	104.7	106.3	110.1
50	1,3-二氯丙烷	99.7	102.9	106.4	113.6
51	1,2-二溴乙烷	100.7	100.1	108.7	111.7
52	2-己酮	85.3	91.4	101.4	103.0
53	氯苯	98.5	106.2	111.7	118.0
54	乙苯	99.5	106.5	113.7	125.7
55	1,1,1,2-四氯乙烷	99.0	99.0	104.0	108.5
56	间/邻-二甲苯	98.8	104.2	109.6	119.7
57	对二甲苯	100.8	106.0	108.8	120.1
58	苯乙烯	98.9	103.7	112.2	121.5
59	溴仿	96.8	97.9	102.5	105.6
60	异丙基苯	100.9	108.7	112.6	121.0
61	4-溴氟苯 (标志物)	101.5	101.7	107.1	112.7
62	溴苯	98.7	104.9	108.8	118.7
63	正丙基苯	98.5	105.6	112.3	119.6
64	1,1,2,2-四氯乙烷	97.9	101.4	101.7	108.0
65	2-氯甲苯	102.2	104.1	109.9	113.8
66	1,2,3-三氯丙烷	100.0	103.9	108.2	110.3
67	1,3,5-三甲基苯	97.4	102.9	107.7	116.1
68	顺式-1,4-二氯-2-丁烯	97.9	99.9	99.0	106.0
69	4-氯甲苯	99.3	104.6	107.2	115.0
70	叔丁基苯	97.0	104.2	109.5	117.5
71	五氯乙烷	97.2	99.5	103.4	109.8
72	1,2,4-三甲基苯	97.9	104.7	107.7	116.0
73	仲丁基苯	100.7	104.1	107.0	114.2
74	4-异丙基甲苯	102.2	103.9	109.1	116.7
75	1,3-二氯苯	100.8	105.3	106.9	112.7
76	1,4-二氯苯	98.1	103.8	107.8	111.4
77	正丁基苯	97.4	103.6	108.9	111.7
78	六氯乙烷	101.0	100.6	102.5	103.1
79	1,2-二氯苯-d ₄ (标志物)	100.8	101.9	106.0	112.2

序号	分析物名称	% 回收率			
		3 分钟 解析	2 分钟 解析	1 分钟 解析	0.5 分钟 解析
81	1, 2-二溴-3-氯丙烷	92.8	99.4	96.6	103.3
82	硝基苯	112.9	110.1	112.2	128.5
83	六氯丁二烯	98.0	103.9	100.3	109.8
84	1, 2, 4-三氯苯	95.6	99.0	102.8	112.9
85	萘	94.5	100.6	105.9	111.1
86	1, 2, 3-三氯苯	96.9	101.7	102.4	107.4

更短的烘培时间

捕集阱的再活化步骤，有时也称为烘培步骤，是另一个需要频繁调整的变量，以减少整个 VOC 的周期时间。当处于解析状态，影响捕集阱再活化效率的两个因素是加热到期望的温度的效率 and 在那个温度保持的时间。保持一部分很小的气体流量通过捕集阱，对于当污染物释放出来时吹扫掉也是有必要的。

实验

需要测试一些变量以决定可以采用的最短烘培时间，而不会使一个样品的残留影响到下一个样品。这个实验测试了两种不同的仪器设计，三种不同的捕集阱填充材料，三种烘培流速和八种不同的烘培时间。实验指定的变量概述见表 2。

表 2 相关捕集阱活化所使用的实验指定的变量

配置	吹扫捕集仪器	捕集阱 ¹	检测器	烘培流速 ²	烘培时间
A	4560	# 10	MS	正常	10 - 0.5 分钟
B	Eclipse	# 10	MS	正常	10 - 0.5 分钟
C	Eclipse	# 11	PID-ELCD	正常	10 - 0.5 分钟
D	Eclipse	# 11	PID-ELCD	高速	10 - 0.5 分钟
E	Eclipse	# 11	PID-ELCD	低速	10 - 0.5 分钟
F	Eclipse	# 9	PID-ELCD	正常	10 - 0.5 分钟
G	Eclipse	# 9	PID-ELCD	高速	10 - 0.5 分钟
H	Eclipse	# 9	PID-ELCD	低速	10 - 0.5 分钟

¹ #10 捕集阱包含等份的 Tenax®、硅胶和碳分子筛。#11 捕集阱，有时称作 VOCARB®捕集阱，包含 Carboxen B、Carboxen® 1000 和 Carboxen 1001。#9 捕集阱由等份的 Tenax、硅胶和木炭制成。

² 在烘培阶段通过捕集阱的正常流速是 40-60mL/min。高速定义为 100-120mL/min，而低速定义为大约 20mL/min。

对于每次分析，一份 5mL 的 100-ppb 的方法 524.2 的标准，采用 11 分钟的吹扫进行分析。然后，捕集阱以指定的时间周期（10、8、6、4、2、1 或 0.5 分钟）进行再活化（烘培），接下来，立即解析到 GC 柱上（不再包含中间的吹扫步骤）以检测在烘培之后在捕集阱上保留的物质的百分量。每种物质的百分量是相对于在第一次解析过程中的峰尺寸定量的。在吹扫过程中样品被加热到 40°C 以最大化萃取效率。样品的加热也模拟了一种“最差”的分析条件，传输了大量的水通过捕集阱。所有的捕集阱都采用制造商推荐的用于解析和烘培的温度进行操作。VOCARB 捕集阱也包括一个干吹扫步骤。

结果和讨论

对于所有八种配置的测试，只有 4 种最重的物质在可测量的浓度上由于残留的影响被检测出来，而且只是当烘培时间小于 2 分钟时才观察到。它们是六氯丁二烯、1,2,4-三氯苯、萘、1,2,3-三氯苯。这四种物质中，萘是最顽固地保留在捕集阱上的，对下一个运行有最大的百分残留量。在每次测试过程中，标准中的其它 82 种物质都不会被检测到，即使当采用 0.5 分钟的烘培时间时。图 2 是配置 A 和 B 采用 #10 捕集阱，2 分钟的烘培时间并且采用 40–60mL/min 的正常烘培流速的条件下重叠的 MS 色谱图形。

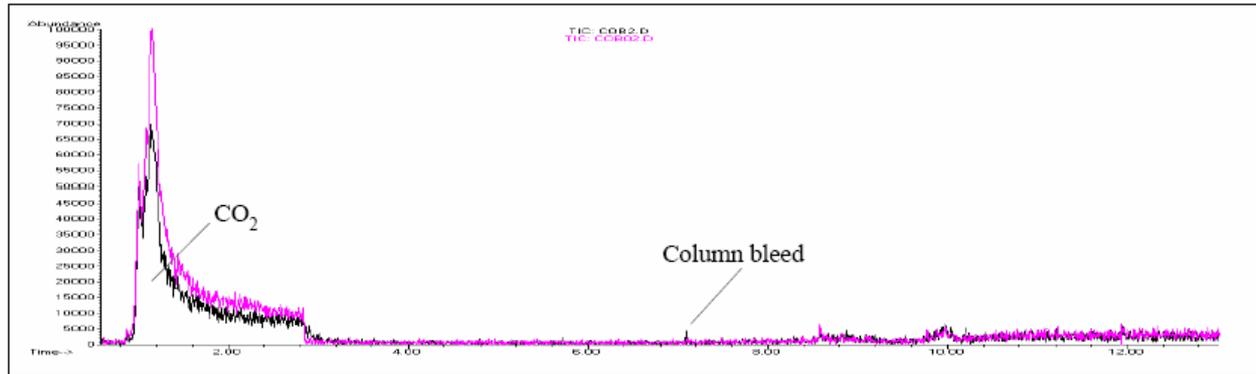


图 2 是来自 4560 和 Eclipse 型（分别为配置 A 和 B），采用 #10 捕集阱，2 分钟的烘培以及 40–60mL/min 的烘培流速时的重叠的 MS 色谱图形。

要测试在活化过程中通过捕集阱不同流速的效果，测试了三种不同的流速和两种不同的捕集阱。采用 0.5 分钟捕集阱活化实验的结果记录在表 3。通常，VOCARB 捕集阱即使在更高的推荐的温度和额外的干吹扫步骤下，比较 #9 捕集阱而言也是更加难以被活化的。当采用 0.5 分钟烘培时间时，VOCARB 捕集阱保留了相当于原始萘的高达 3.49% 的浓度，而在同样的条件下，#9 捕集阱只保留了 0.56%（相当于 0.6ppb）。从这些结果可以很明显地发现，在同样的条件下足够的捕集阱加热相比于流速是关键的因素。而更高的烘培流速并没有在消除残留影响时显示明显的改进。这适用于这个研究中所采用的所有的条件和所有的捕集阱的场合。

表 3 在活化过程中采用 0.5 分钟烘培时间的气体流速的效果。在 0.5 分钟烘培时间之后保留在捕集阱上的百分量是基于在这次测量之前 100-ppb 的标准加热到 40°C 并吹扫 11 分钟得到的峰面积而言的。

0.5 分钟烘培		在#11 VOCARB 捕集阱上保留的%量			
配置	流速	HCBD	124-TCB	Naph.	123-TCB
C	正常	0.16	0.58	2.13	0.50
D	高速	0.38	0.49	3.49	0.82
E	低速	0.02	0.00	0.52	0.03
0.5 分钟烘培		在#9 捕集阱上保留的%量			
配置	流速	HCBD	124-TCB	Naph.	123-TCB
F	正常	0.08	0.06	1.10	0.13
G	高速	0.10	0.10	0.56	0.16
H	低速	1.02	0.27	0.51	0.62

通过捕集阱的烘培流速： 正常 = 40–60 mL/min
 高速 = 100–120 mL/min

物质名称: 低速 = 20 mL/min
 HCBd = 六氯丁二烯
 124-TCB = 1, 2, 4-三氯苯
 Naph. = 萘
 123-TCB = 1, 2, 3-三氯苯

来自同一个实验的采用 2 分钟捕集阱活化步骤的结果记录在表 4。与 0.5 分钟烘培相比, #9 捕集阱优于 VOCARB 捕集阱, 在 2 分钟的烘培并且在正常的流速下只有痕量浓度的 1, 2, 3-三氯苯 (<0.1ppb) 保留在捕集阱上。而其它目标物质, 采用#9 捕集阱, 即使在痕量浓度时也没有检测到。

表 4 在活化过程中采用 2 分钟烘培时间的气体流速的结果。在 0.5 分钟烘培时间之后保留在捕集阱上的百分量是基于在这次测量之前 100-ppb 的标准加热到 40°C 并吹扫 11 分钟得到的峰面积而言的。

2 分钟烘培		在#11 VOCARB 捕集阱上保留的%量			
配置	流速	HCBd	124-TCB	Naph.	123-TCB
C	正常	0.10	0.07	0.80	0.13
D	高速	0.22	0.10	0.36	0.28
E	低速	0.02	0.00	0.57	0.02
2 分钟烘培		在#9 捕集阱上保留的%量			
配置	流速	HCBd	124-TCB	Naph.	123-TCB
F	正常	0.00	0.00	0.00	0.03
G	高速	0.00	0.00	0.00	0.00
H	低速	0.06	0.00	0.00	0.02

通过捕集阱的烘培流速: 正常 = 40-60 mL/min
 高速 = 100-120 mL/min
 低速 = 20 mL/min
 物质名称: HCBd = 六氯丁二烯
 124-TCB = 1, 2, 4-三氯苯
 Naph. = 萘
 123-TCB = 1, 2, 3-三氯苯

一些证据表明在烘培阶段采用低的气流将改进 VOCARB 捕集阱的活化。在大约 20mL/min 的烘培流速下, 在捕集阱上保留的百分量是最少的 (见表 3), 同时, 更高的流速实际上降低了性能, 从而产生了最大的百分残留。这些数据以图形方式显示于图 3。一个可能的解释是通过捕集阱的高的流速也经常伴随着压力波动, 导致干扰填充在捕集阱中的捕集物质。更高的流速和压力可能二次包裹吸附床, 紧密地压缩填充材料, 在吸附床内部形成了一个通道, 切断了相邻吸附剂之间的联系。在捕集阱填料内部的这些改变都是不希望发生的, 将损坏捕集阱。在任何的吹扫捕集阶段 (例如, 干吹扫或烘培), 依赖于通过捕集阱的高的气体流速的这种仪器设计, 将导致捕集阱的性能下降, 色谱性能变差, 并且缩短捕集阱的寿命。

另一个可能的解释就是 VOCARB 捕集阱需要一个干吹扫步骤, 在烘培之前的正向流动体积的增加可能强制分析物保留在吸附剂上, 抛开温度的影响, 使其更加难以被烘培。在干吹扫步骤中采用加大的流速 (>40mL/min) 只会放大问题, 潜在地导致色谱性能变差, 尤其是在色谱的中间部分。

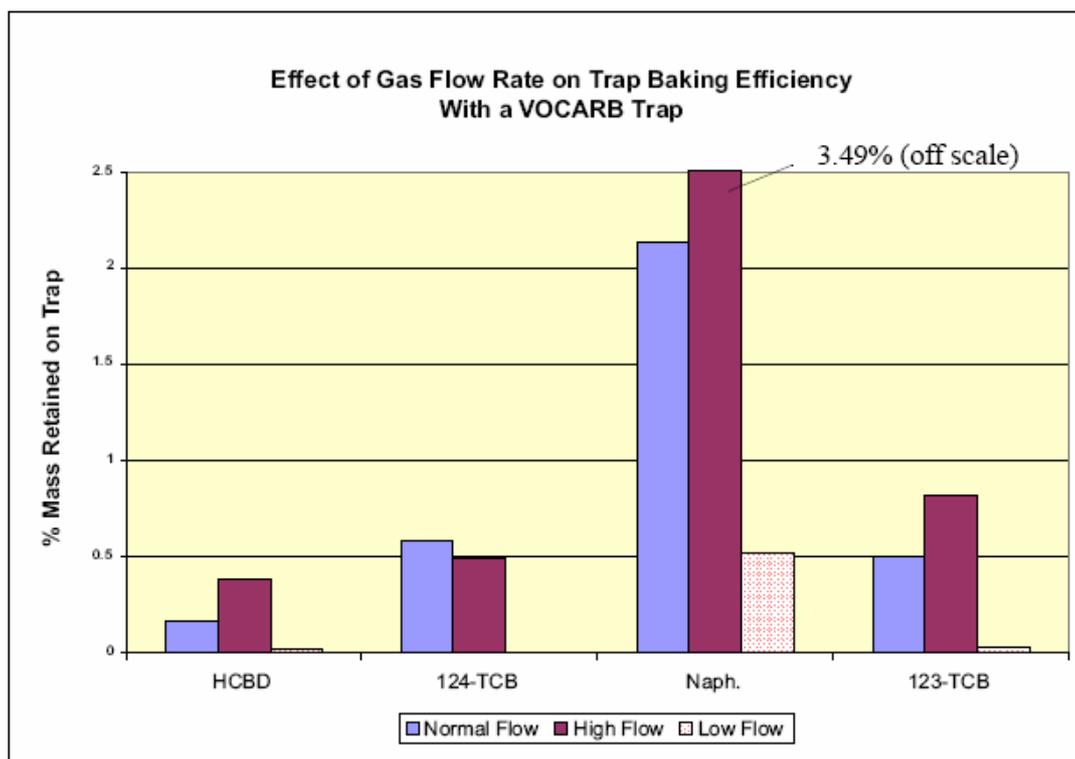


图 3 捕集阱活化过程中，不同气体流速的效果。数据采用捕集阱以 0.5 分钟烘培时间的条件获取得到。保留在捕集阱上的百分量是基于 100-ppb 的标准而言的。在高流速条件下，萘在捕集阱上保留的百分量为 3.49% (满量程)。

缩短整个的周期时间

前面两个实验的结果证明：通过在解析和烘培阶段采用直接电阻加热，能够明显地缩短吹扫捕集浓缩仪的周期时间。表 5 是一个 OI 分析仪器公司的 Eclipse 或 4560 样品浓缩仪采用专利的电阻加热技术获得的极其短的周期时间的例子。这个表显示了不需要象市场上其它浓缩仪那样跳过水管理步骤、采用高气体流速从而降低捕集阱的性能，采用一台 Eclipse 样品浓缩仪能够获得 16 分钟的吹扫捕集的周期时间。采用 2 分钟的烘培也能够有效地将残留降低到可能产生干扰的限度以下。整个 86 种物质的 VOC 列表残留数据在前面已经描述过。4560 型的周期时间会稍长一点。

表 5 Eclipse 和 4560 型在解析和烘培阶段采用直接电阻加热捕集阱获得的周期时间。水管理装置 (WMF) 和捕集阱冷却的时间可能随实验室的环境温度而稍有改变。

吹扫捕集阶段	Eclipse 时间	4560 型的时间
吹扫	11 分钟	11 分钟
WMF 冷却	0.5 分钟	1.5 分钟
解析	0.5 分钟	0.5 分钟
烘培	2 分钟	2 分钟
捕集阱冷却	< 2 分钟	~ 2 分钟
总周期时间	16 分钟	17 分钟

当吹扫捕集的周期时间象上述明显地缩短时，一个典型的 VOC 系统也包括一些自动进样器和带检测

器的 GC。当计算整个系统的周期时间时，也必须要考虑 VOC 系统中其它设备所需的周期时间。

实验

OI 分析仪器公司提供的分析提供两种类型的自动进样器，4551A 型只用于水的分析，而 4552 型 (Archon)，既可以用于 5030 方法的水模式，也可以用于 5035 方法的土壤模式。这两种自动进样器按照实验室中经常采用的几种应用模式记时，以测试自动进样器的周期时间如何影响整个 VOC 的分析时间。结果显示于表 6。

表 6 采用常规的实验室设置时的自动进样器的周期时间。4552 型处于水模式时列出的时间包括一次注射器的清洗。

样品/清洗体积	4551A, 水模式		4552, 水模式	
	周期时间(分钟)	每 12 小时运行数量	周期时间(分钟)	每 12 小时运行数量
5-mL 样品+一个 5-mL 清洗	19.0	38	19	37
5-mL 样品+两个 5-mL 清洗	22.5	32	23	31
25-mL 样品+一个 25-mL 清洗	21.5	33	38	19
25-mL 样品+两个 25-mL 清洗	26.0	27	49	14
4552 于土壤模式: 土壤样品+5mL 水用于标准传输和 0.5 分钟的样品预热(40°C)			16.5	43

结果和讨论

采用 USEPA 的 5035 方法运行土壤样品，4552 型自动进样器能够提供最快的 16.5 分钟的整个周期时间。它也是最接近最快的 16 分钟吹扫捕集周期时间的一种方式。在 12 小时的周期内，采用这种配置能够分析 43 个样品。

对于水样品，分析 5-mL 的样品，4551A 型和 4552 型是大致相当的，4551A 型提供稍快的分析效率。取决于所使用的清洗次数，在 12 小时期间内，两种自动进样器能够运行 31-38 个样品。当样品体积增加到 25-mL 时 4551A 型比 4552 型快将近两倍，在 12 小时期间，相比 14 个样品，4551A 型能够分析 27 个样品，将近两倍的样品。自动进样器对于水的周期时间的差别主要在于自动进样器的设计以及样品和清洗的传输，4551 型采用蠕动泵，而 4552 型采用注射器。对于饮用水和其它典型使用 25-mL 的样品，优选 4551A 型，相比于 4552 型，提供几乎两倍的系统分析能力。

从这些数据可以清楚地表明，在大多数情况下，自动进样器的周期时间将是速度限制的步骤。选择自动进样器的类型，以及如何配置，将决定整个 VOC 的周期时间，以及在 12 小时内能够运行多少个样品。

实验

要测试最快速配置相关色谱、潜在的水的状态和残留效应的困难程度，采用在表 5 中描述的 16 分钟的 Eclipse 周期和表 6 中显示的 16.5 分钟的自动进样器周期（4552 型于土壤模式），运行一个包括 50 个样品的托盘。在奇数位置的 Eclipse 样品包含 5mL 40ppb VOC 标准（524.2 方法，版本 4），而偶

数位置是空白。样品被预加热到 40℃，然后吹扫 11 分钟，解析 0.5 分钟捕集阱烘培 2 分钟。

结果和谈论

四个典型的色谱图（运行 1、21、39 和 49）的前六分钟显示于图 4。在整个 14 小时的序列中色谱维持恒定。由于在短的 2 分钟的烘培之后去掉了大量的水，因此没有明显的性能或色谱变差的现象。当采用快速的运行时间时，象这里一样，总的离子色谱（TIC）不总是能够清楚地证明色谱图前面部分的杰出的色谱分离。图 5 显示了当察看放大的离子图形时，前面六个气体的杰出的色谱分辨率。在 50 位置运行的最后的空白样品的色谱图显示于图 6。这个色谱图形证明，在 0.5 分钟的解析和 2 分钟的烘培下，从低到中间浓度的样品不会导致残留的增加。

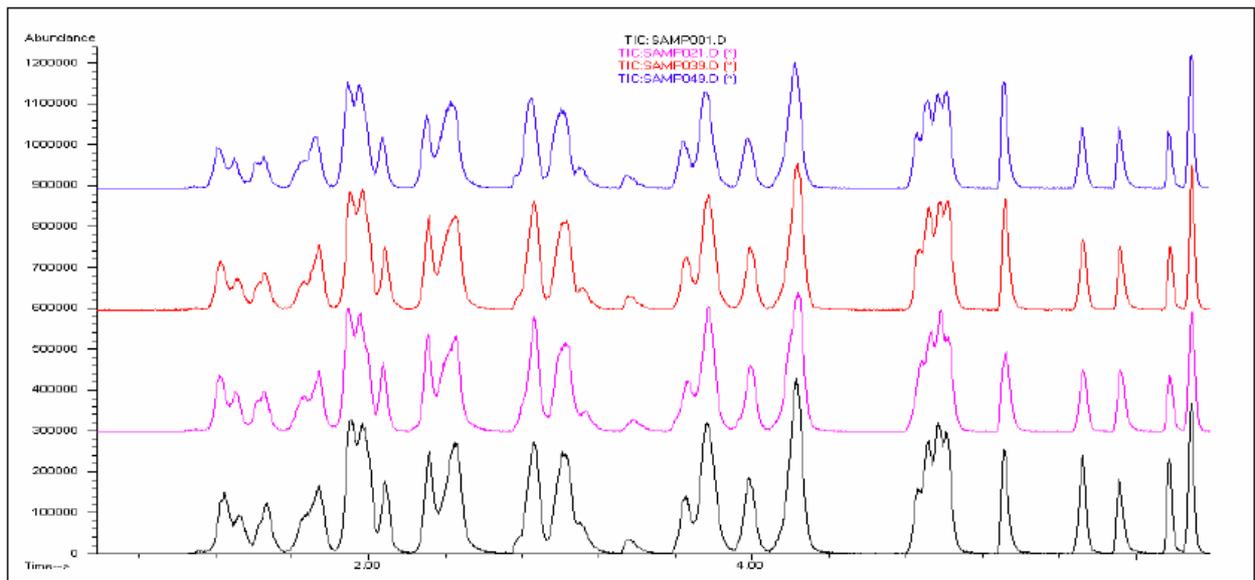


图 4 采用 Eclipse 的 16 分钟周期和 4552 型自动进样器的土壤模式，来自 50 个样品序列中获得的两个前面的色谱图（运行 1 和 21）和两个靠后的色谱图（运行 39 和 49）。在整个序列中，活化捕集阱的短的 2 分钟烘培时间被证明是足够的，不会导致任何的色谱变差或者过量的水停留在柱上。

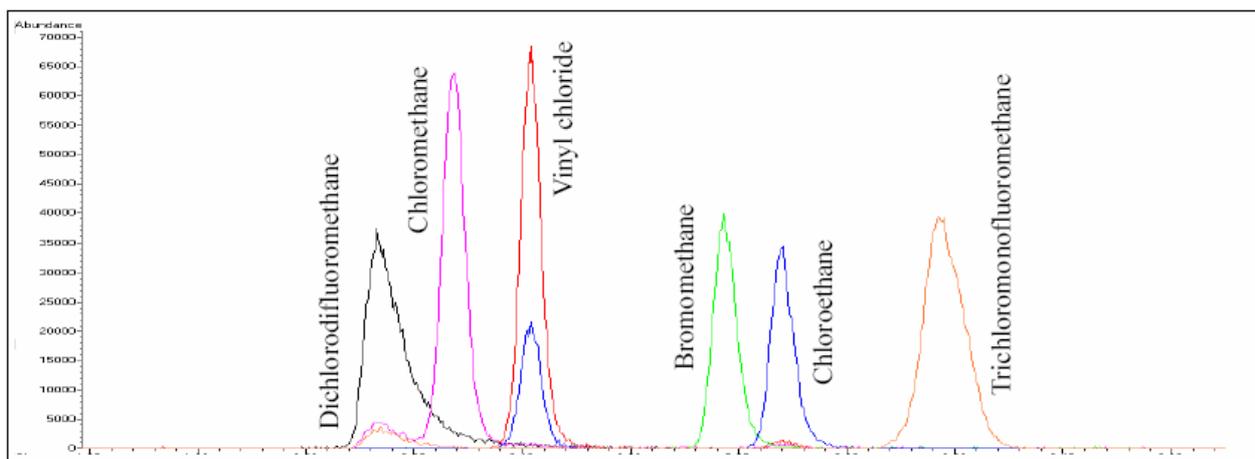


图 5 放大的离子图形显示了常规获得的前面六个气体的典型的色谱图形和杰出的分辨率

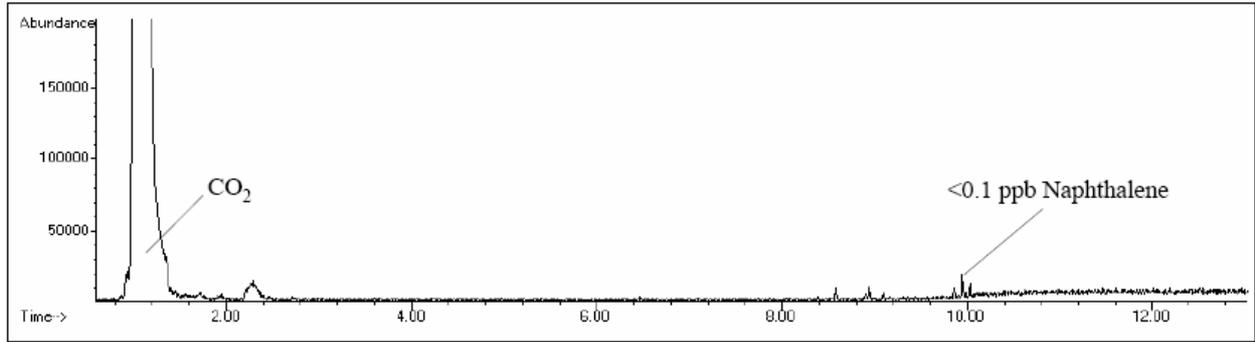


图 6 采用 0.5 分钟的解析和 2 分钟的烘培得到的 50 个样品序列中最后一个空白样品运行的色谱图。色谱图是干净的，没有来自前面 49 个样品的任何明显的残留。只有痕量的萘 (<0.1ppb) 被检测到。

结论

采用直接电阻加热这一有效的捕集阱加热技术，使解析和活化的时间分别缩短到 05 分钟和 2 分钟。这使 Eclipse 的整个周期时间减少到只有 16 分钟。完整的 86 到 100 多种 VOC 物质可以在 16 分钟内完成分析，而不会损坏捕集阱或色谱分离的性能，也不需要跳过水管理步骤。当短的周期时间作为一个整个序列的一部分时，可以得到杰出的色谱分离，而且 OI 分析仪器公司的专利的水管理系统能够避免水驻留在分析所用的 GC 柱上。自动进样器的周期时间在整个系统中是速度限制的步骤，变化范围很大。土壤样品的最快周期时间是由 4552 型 (Archon) 运行于土壤模式得到的，而对于水样品，可以在 4551A 型上得到最快的周期时间。

要获得采用 Eclipse 吹扫捕集浓缩仪得到的完整的报告，包括检出限、初始和连续的校准和色谱分离，请参考 OI 分析仪器公司的 1934 和 1937 号应用文档。

需要得到采用 16 分钟周期时间的所有推荐的吹扫捕集的操作参数，请参考 OI 分析仪器公司的 1908i 号应用文档。

Agilent 是 Agilent 技术有限公司的注册商标

Carboxen 是 Supelco 有限公司的注册商标

Tenax 是 Enka 研究实验室 Arnhem 的注册商标

VOCARB 是 U. S. Filter 公司的注册商标



P.O. Box 9010
College Station, TX 77842-9010
Tel: (979) 690-1711 • FAX: (979) 690-0440 • www.oico.com